



⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑬ Numéro de dépôt: 89400456.3

⑮ Int. Cl.<sup>4</sup>: A 61 C 7/00

⑭ Date de dépôt: 17.02.89

⑯ Priorité: 19.02.88 FR 8802017

⑰ Date de publication de la demande:  
23.08.89 Bulletin 89/34

⑲ Etats contractants désignés:  
AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE

⑯ Demandeur: Sadoun, Michael  
3 Avenue Séverine  
F-92400 Courbevoie (FR)

Decker, Alain  
113, avenue Gabriel Péri  
F-91700 Ste Geneviève des Bois (FR)

⑰ Inventeur: Sadoun, Michael  
3 Avenue Séverine  
F-92400 Courbevoie (FR)

Decker, Alain  
113, avenue Gabriel Péri  
F-91700 Ste Geneviève des Bois (FR)

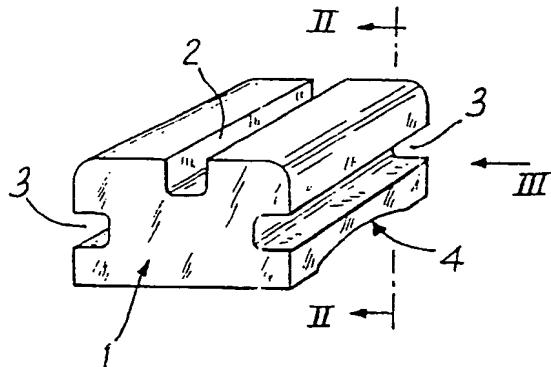
⑳ Mandataire: Nony, Michel et al  
Cabinet NONY & CIE 29, rue Cambacérès  
F-75008 Paris (FR)

㉑ Dispositif de fixation d'arc en orthodontie.

㉒ L'invention est relative à un bracket en céramique (1) et à son procédé de fabrication.

Il est réalisé en oxyde de zirconium, partiellement stabilisé, additionné d'oxyde de métaux de transition, il est non poreux et il possède une teinte et une translucidité correspondant sensiblement à celles des dents.

Fig. 1



## Description

## Dispositif de fixation d'arc en orthodontie.

La présente invention est relative à un nouveau dispositif de fixation d'arc en orthodontie et à son procédé de fabrication.

On sait que l'on utilise couramment en orthodontie des dispositifs connus sous le nom de "bracket" qui sont collés sur la face externe des dents et qui sont rendus solidaires d'un fil métallique qui exerce des contraintes élastiques permettant de modifier les positions relatives des dents concernées.

De tels brackets sont actuellement réalisés en acier inoxydable ou en alliage nickel/chrome, ce qui les rend inesthétiques car très visibles lorsqu'ils sont appliqués sur la denture.

Il est également connu de réaliser ces brackets à l'aide de matières plastiques transparentes mais celles-ci se dégradent chimiquement après des temps d'utilisation assez courts et ne présentent pas une rigidité mécanique suffisante.

On a également imaginé de réaliser des brackets en alumine frittée, mais ces derniers sont fragiles et d'un prix de revient élevé.

La présente invention concerne des brackets faciles à réaliser économiquement, présentant d'excellentes qualités mécaniques notamment en ce qui concerne leur ténacité et dont l'aspect, notamment en ce qui concerne la teinte et la translucidité, correspond à celui des dents sur lesquelles ils doivent être collés.

La présente invention a pour objet un bracket en céramique, caractérisé par le fait qu'il est réalisé en oxyde de zirconium partiellement stabilisé additionné d'oxydes de métaux de transition et fritté, qu'il est non poreux et qu'il possède une teinte et une translucidité correspondant sensiblement à celles des dents.

Dans un mode de réalisation préféré le grain de la céramique est inférieur à 0,5 microns en étant par exemple compris entre 0,2 et 0,5 microns.

Selon l'invention, il est également avantageux qu'en dehors des additifs indiqués ci-dessus l'oxyde de zirconium contienne moins de 0,01 pour cent en poids d'impuretés.

La présente invention a également pour objet un procédé de fabrication de brackets, caractérisé par le fait que l'on prépare une poudre d'oxyde de zirconium (zircone) partiellement stabilisé; que l'on atomise la poudre d'oxyde de zirconium partiellement stabilisé pour obtenir des agglomérats de particules; que l'on y ajoute un liant organique soluble dans l'eau et un ou plusieurs oxydes de métaux de transition dans des proportions correspondant à la teinte et au degré de translucidité que l'on désire conférer au bracket; que l'on moule par pressage le mélange ainsi obtenu afin d'obtenir une ébauche crue; qu'éventuellement on usine cette ébauche crue pour lui donner sa forme et/ou son état de surface définitif; et que l'on soumet l'ébauche à un frittage.

Conformément à l'invention on utilise de préférence une poudre d'oxyde de zirconium pur qui contient moins de 0,01% d'impureté.

Conformément à l'invention, l'oxyde de zirconium ( $ZrO_2$ ) est par exemple partiellement stabilisé par adjonction de faibles proportions d'oxyde.

À cet effet, on peut par exemple ajouter à la zircone environ 3 à 8 % et de préférence 3 à 5 % d'oxyde d'ytrrium ( $Y_2O_3$ ), 3 à 10 % et de préférence 3 à 5 % d'oxyde de calcium ( $CaO$ ), 8 à 15 % et de préférence 8 à 10% d'oxyde de magnésium ( $MgO$ ), ou 11 à 20 et de préférence 14 à 17 % d'oxyde de cérium ( $CeO_2$ ), tous ces pourcentages étant donnés en poids.

L'oxyde de zirconium ainsi partiellement stabilisé se présente sous la forme d'une poudre dont la granulométrie est avantageusement comprise entre 0,02 et 1 micron et de préférence entre 0,1 et 1 micron.

Conformément à l'invention, on procède ensuite à une agglomération des particules d'oxyde de zirconium partiellement stabilisé pour obtenir, par une technique classique d'atomisation, des agglomérats de forme de préférence sensiblement sphérique. Ces agglomérats de grains ont par exemple un diamètre compris entre 50 et 200 microns, et de préférence compris entre 80 et 100 microns.

Conformément à l'invention, la poudre d'oxyde de zirconium partiellement stabilisé, est mélangée à un liant organique soluble dans l'eau dans une proportion, comprise par exemple entre 0,5 et 5% en poids de liant, puis atomisée.

On peut avantageusement utiliser un liant thermoplastique tel que par exemple un alcool de polyvinyle, une cire, une résine acrylique ou de la dextrine.

Conformément à l'invention on incorpore également au mélange un ou plusieurs oxydes de métaux de transition tels que l'oxyde de fer, l'oxyde de manganèse, ou l'oxyde de nickel.

Le choix et les proportions des différents oxydes utilisés s'effectuent en fonction de la coloration que l'on désire donner au bracket réalisé selon l'invention et au degré de translucidité que l'on désire obtenir.

Ces oxydes métalliques peuvent être incorporés soit sous forme pulvérulente ou soit sous forme de sels solubles dans l'eau qui sont mis en solution avant l'atomisation de la poudre et qui, après calcination, libèrent l'oxyde correspondant lors du frittage. Cette dernière méthode présente l'avantage de permettre une bonne répartition des oxydes, une homogénéité de la couleur et une rapidité de réaction.

C'est ainsi que l'on peut utiliser du sulfate de fer hydraté  $Fe(SO_4)_2 \cdot 7H_2O$  dans une proportion par exemple de 0,02% à 0,5% du poids d'oxyde de zirconium, du sulfate de manganèse hydraté  $Mn(SO_4)_2 \cdot H_2O$  dans une proportion par exemple de 0,001% à 0,03% du poids d'oxyde de zirconium ou du sulfate de nickel  $Ni(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$  dans une proportion par exemple de 0,02% à 0,5% du poids d'oxyde de zirconium.

Conformément à l'invention, l'ébauche est obtenue de préférence par pressage uniaxial dans un

moule réalisé par exemple en carbure de tungstène, le sens du pressage s'effectuant dans la direction des rainures qui sont réalisées sur le bracket pour positionner le fil métallique et retenir les attaches de ce dernier sur le bracket.

Ce pressage peut être avantageusement réalisé avec des pressions de l'ordre de 750 à 3000 kilos par  $\text{cm}^2$  ce qui permet d'obtenir des ébauches crues dont la densité varie d'environ 2,5 à plus de 3,5 grammes par centimètre cube.

Pour réaliser le pressage de l'ébauche crue, le mélange contenant le plastifiant est de préférence porté préalablement à une température d'environ 80 à 130 degrés, ce qui facilite l'opération.

Conformément à l'invention, l'usinage que l'on peut réaliser sur l'ébauche crue a pour but principal de réaliser la courbure de la face du bracket qui est destiné à être collée sur la dent.

Cet usinage s'effectue par exemple selon une surface cylindrique qui a par exemple un rayon de 20 à 30 mm, de préférence à l'aide d'une meule diamantée à gros grains (par exemple de 200 à 500 microns) de manière à obtenir un état de surface rugueux pour favoriser le collage du bracket sur la dent.

L'usinage de l'ébauche crue peut avoir également pour objet de procéder à un ébarbage et à un arrondissement des angles de l'ébauche à l'aide d'une meule fine.

Conformément à l'invention, le frittage s'effectue, de préférence à l'air, à une température comprise entre environ 1300°C et 1650°C et de préférence comprise entre 1300 et 1400°C pendant un temps par exemple d'environ 2 à 5 heures et de préférence de 2 à 3 heures.

Le chauffage à la température de frittage peut s'effectuer avec une vitesse de montée en température qui peut être par exemple de 5 à degrés par minute.

Le bracket ainsi obtenu est ensuite ramené progressivement à la température ambiante, par exemple sur une période d'environ 20 à 60 minutes.

Le frittage est avantageusement conduit de manière à obtenir une céramique dont la taille de grain est inférieure à 1 micron et est de préférence comprise entre 0,2 et 0,3 micron.

L'encoche réalisée sur le dessus du bracket doit avoir des dimensions qui correspondent à celles de l'arc métallique qui doit être fixé sur le bracket.

Les arcs couramment utilisés sont par exemple des fils métalliques de 0,56 + ou - 0,02 mm de section.

Dans le cas où ces tolérances ne sont pas respectées, l'on procède à une rectification de l'encoche du bracket à l'aide d'une meule diamantée.

Dans le but de mieux faire comprendre l'invention on va en décrire maintenant à titre d'illustration et sans aucun caractère limitatif, un mode de réalisation représenté sur le dessin annexé dans lequel :

- la figure 1 est une vue en perspective d'un bracket selon l'invention,

- la figure 2 est une vue en coupe selon II-II de la figure 1,

- la figure 3 est une vue en élévation selon la flèche III de la figure 1,

- la figure 4 est une vue schématique du moule de pressage de l'ébauche crue.

On voit sur les figures 1, 2 et 3 un bracket 1 réalisé conformément à l'invention qui est une pièce de faibles dimensions qui présente par exemple une épaisseur d'environ 2,3 mm, une longueur d'environ 3,5 mm et une largeur d'environ 2,8 mm.

Le bracket 1 comporte une encoche supérieure 2 destinée à recevoir l'arc qui maintient les dents en étant fixé au bracket à l'aide de fils métalliques fins qui s'engagent dans les rainures latérales longitudinales 3 en contournant l'arc métallique qui est situé dans l'encoche 2 pour l'y maintenir.

La face inférieure du bracket est usinée conformément à un mode de réalisation préféré de l'invention avec une forme cylindrique concave 4 pour être collée sur la face externe de la dent.

La surface cylindrique 4 qui peut avoir un rayon d'environ 25 mm est réalisée de manière à présenter une certaine rugosité ce qui améliore la qualité du collage sur la dent.

La figure 4 est une vue schématique représentant la matrice dans laquelle l'ébauche crue peut être pressée. Cette matrice comporte une cavité 5 dont la forme générale correspond à celle de la section du bracket. Trois tenons démontables 6,7 et 8 font saillie à l'intérieur de la cavité 5 pour constituer l'encoche 2 et les rainures 3.

La compression de l'ébauche s'effectue dans une direction perpendiculaire au plan de la figure 4.

## EXEMPLE 1

Pour réaliser un bracket conformément à l'invention, on peut opérer comme suit :

On part d'une poudre d'oxyde de zirconium ayant une granulométrie moyenne d'environ 0,8 micron et un taux d'impureté de type métallique inférieur à 0,01%.

Cet oxyde de zirconium est partiellement stabilisé par adjonction d'une proportion pondérale de 5 % d'oxyde d'ytrium.

On ajoute environ 1 % en poids d'un liant constitué par un alcool polyvinyle.

On ajoute également au mélange 0,03 % en poids de  $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  et 0,02 % en poids de  $\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  pour conférer au bracket une coloration et une translucidité qui correspond à celles d'une dent.

On procède ensuite à l'atomisation des particules de poudre d'oxyde de zirconium partiellement stabilisé pour obtenir des agglomérats sensiblement sphériques qui ont un diamètre d'environ 80 microns.

On procède alors au moulage par compression de l'ébauche crue dans un moule tel que celui représenté sur la figure 4 sous une pression d'environ 800 kg par  $\text{cm}^2$  qui permet d'obtenir une ébauche crue ayant une densité d'environ 2,7 grammes par  $\text{cm}^3$ .

Après quoi, l'on procède à l'ébarbage de l'ébauche et à l'arrondissement des angles des faces terminales et l'on usine l'évidemment 4 représenté sur les figures 1,2 et 3 à l'aide d'une meule diamantée qui présente des grains d'environ 300 microns.

On procède ensuite au frittage à l'air de l'ébauche

crue en l'introduisant dans un four que l'on porte à la température de 1400°C à raison de 5 degrés par minute.

On maintient à cette température pendant environ 2 heures, après quoi on laisse refroidir l'ébauche dans le four.

On procède enfin au contrôle dimensionnel du bracket et à sa rectification éventuelle.

### EXEMPLE 2

Dans une variante, on utilise un oxyde de zirconium partiellement stabilisé par une adjonction pondérale de 10% d'oxyde de magnésium ou de 9% d'oxyde de calcium, la granulométrie de la poudre de zircone ainsi partiellement stabilisée étant égale à environ 1 micron.

On incorpore ensuite 0,02% en poids d'acétate de fer hydraté ( $Fe(C_2H_3O_2)_2 \cdot 4H_2O$ ), 0,002% en poids d'acétate de manganèse hydraté ( $Mn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 4H_2O$ ) et 0,03% en poids d'acétate de nickel hydraté ( $Ni(C_2H_3O_2)_2 \cdot 4H_2O$ ) pour obtenir l'apparence souhaitée. On ajoute 5% en poids de résine acrylique comme liant.

On agglomère cette poudre par atomisation pour obtenir des agglomérats sensiblement sphériques d'environ 200 microns de diamètre.

On réalise le moulage de l'ébauche avec une pression d'environ 3000 kilos par  $cm^2$  ce qui permet d'obtenir une densité d'environ 3,4 grammes par  $cm^3$ .

Le frittage s'effectue à l'air en élevant la température du four à raison de 10 degrés par minute, jusqu'à 1550°C, température qui est maintenue pendant environ 4 heures, après quoi, on laisse refroidir le bracket qui est ensuite vérifié et éventuellement rectifié.

### EXEMPLE 3

On part d'une poudre d'oxyde de zirconium partiellement stabilisée avec 16% en poids d'oxyde de cérium ( $CeO_2$ ) qui a une granulométrie d'environ 0,3 microns.

On ajoute environ 1% en poids d'un liant à base d'alcool polyvinyle.

Pour conférer au bracket sa coloration et sa translucidité on ajoute au mélange 0,01% en poids de sulfate de fer heptahydraté ( $Fe(SO_4) \cdot 7H_2O$ ), 0,03% de sulfate de nickel hexahydraté ( $Ni(SO_4) \cdot 6H_2O$ ) et 0,01% en poids de sulfate de manganèse heptahydraté ( $Mn(SO_4) \cdot 7H_2O$ ). On procède à l'atomisation de manière à avoir des agglomérats sensiblement sphériques ayant un diamètre d'environ 150 microns.

On procède alors au moulage de l'ébauche crue sous une pression d'environ 2.000 kgs au  $cm^2$  ce qui permet d'obtenir une ébauche ayant une densité d'environ 3,1 grammes par  $cm^3$ .

Après avoir procédé à la finition de l'ébauche on réalise le frittage en portant l'ébauche de la température ambiante à 700°C par une élévation de 2°C/min. On porte ensuite à 1600°C avec une

élévation de 5°C/mn et l'on maintient pendant 3 heures à la température de 1600°C.

Après refroidissement on procède au rectifiage de la base de l'ébauche avec une meule diamant ayant un grain d'environ 200 microns.

Il est bien entendu que les exemples ci-dessus n'ont été donnés qu'à titre indicatif et qu'ils peuvent recevoir toutes modifications désirables sans sortir pour cela du cadre de l'invention.

10

### Revendications

15 1. Bracket en céramique, caractérisé par le fait qu'il est réalisé en oxyde de zirconium, partiellement stabilisé, additionné d'oxyde de métaux de transition, qu'il est non poreux et qu'il possède une teinte et une translucidité correspondant sensiblement à celles des dents.

20 2. Bracket selon la revendication 1 caractérisé par le fait qu'il a une taille de grain inférieure à 1 micron et de préférence comprise entre 0,2 et 0,5 microns.

25 3. Bracket selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé par le fait qu'en dehors des constituants visés à la revendication 1 il contient moins de 0,01% d'autres impuretés.

30 4. Procédé de fabrication d'un bracket, caractérisé par le fait qu'on prépare une poudre d'oxyde de zirconium partiellement stabilisé; qu'on y ajoute un liant organique soluble dans l'eau et un ou plusieurs oxydes de métaux de transition dans des proportions correspondant à la teinte et au degré de translucidité que l'on désire conférer au bracket; qu'on atomise ce mélange pour obtenir des agglomérats de particules; qu'on moule par pressage les agglomérats ainsi obtenus afin d'obtenir une ébauche crue; qu'éventuellement on use l'ébauche ainsi obtenue pour lui donner sa forme et/ou son état de surface définitif; et qu'on soumet l'ébauche à un frittage.

35 45 5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé par le fait que l'oxyde de zirconium contient moins de 0,01% d'impureté de type métallique.

40 50 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 et 5, caractérisé par le fait que l'oxyde de zirconium est partiellement stabilisé par adjonction de faibles proportions d'oxydes.

45 55 7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé par le fait que l'oxyde de zirconium est partiellement stabilisé par adjonction de 3 à 8% et de préférence 3 à 5% en poids d'oxyde d'ytrrium, de 3 à 10% en poids et de préférence 3 à 5% en poids d'oxyde de calcium, de 8 à 15% en poids et de préférence de 8 à 10% en poids d'oxyde de magnésium, ou de 11 à 20% en poids, et de préférence 14 à 17% en poids d'oxyde de Cérium.

60 65 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 7 caractérisé par le fait que l'oxyde de zirconium partiellement stabilisé se présente sous la forme de poudre dont la granulométrie est comprise entre 0,02 et 1

micron.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 7, caractérisé par le fait que la poudre d'oxyde de zirconium partiellement stabilisé est traité par atomisation pour obtenir des agglomérats sensiblement sphériques.

10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé par le fait que les agglomérats ont un diamètre compris entre environ 50 et 200 microns, et de préférence entre 80 et 100 microns.

11. Procédé selon la revendication 9, caractérisé par le fait que les particules ont un diamètre inférieur à 5 et de préférence à 3 microns.

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 11, caractérisé par le fait que le liant organique soluble dans l'eau est introduit dans une proportion comprise entre environ 0,5% et 5% en poids d'oxyde de zirconium.

13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 12, caractérisé par le fait que l'on confère au bracket sa coloration et sa translucidité en mélangeant à la poudre d'oxyde de zirconium un ou plusieurs oxydes de métaux de transition, tels que l'oxyde de fer, l'oxyde de manganèse ou l'oxyde de nickel.

14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé par le fait que les oxydes métalliques sont incorporés sous forme pulvérulente ou sous forme de sels solubles qui après calcination libèrent l'oxyde correspondant.

15. Procédé selon l'une quelconque des

5

revendications 4 à 14, caractérisé par le fait que le pressage de l'ébauche est réalisé avec des pressions comprises entre environ 750 et 3000Kg/cm<sup>2</sup>.

10

16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 14, caractérisé par le fait que le pressage de l'ébauche est tel qu'il permet d'obtenir pour cette dernière une densité comprise d'environ 2,5 à plus de 3g/cm<sup>3</sup>.

15

17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 16, caractérisé par le fait qu'on usine la partie de l'ébauche crue qui correspond à la face du bracket qui doit être collée sur la dent, à l'aide d'une meule à gros grains, par exemple de 200 à 500 microns.

20

18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 17, caractérisé par le fait que le frittage s'effectue à une température comprise entre environ 1300 et 1650°C et de préférence entre 1300° et 1400°C.

25

19. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 18, caractérisé par le fait que le frittage s'effectue pendant une durée d'environ au moins 2 heures.

30

20. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 19, caractérisé par le fait que l'on conduit le frittage de manière à obtenir une céramique ayant une taille de grain inférieure à 1 micron et de préférence comprise entre 0,2 et 0,3 microns.

35

40

45

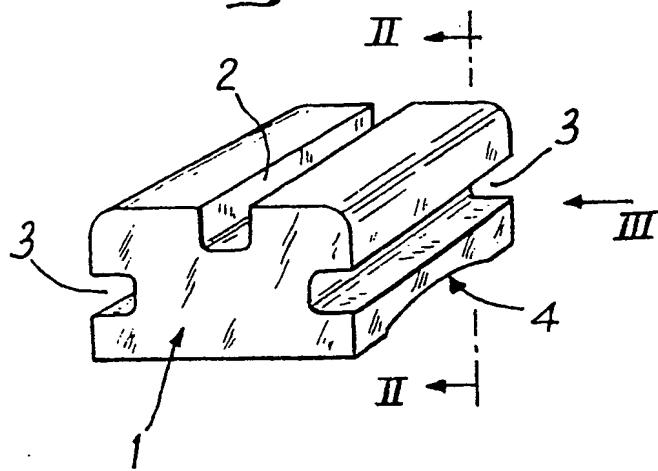
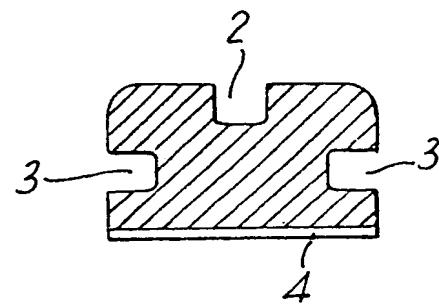
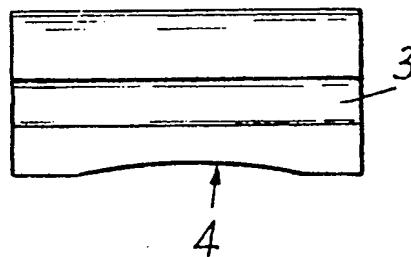
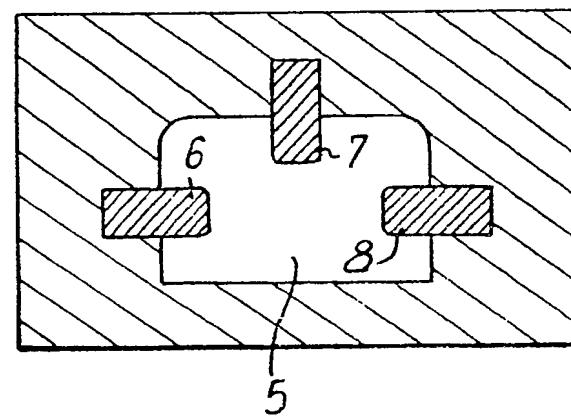
50

55

60

65

5

*Fig: 1**Fig: 2**Fig: 3**Fig: 4*



| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS   |  |                         |                                      |
|---|--|-------------------------|--------------------------------------|
| Catégorie   | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes      | Revendication concernée | CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4) |
| A   | FR-A-2 559 059 (FANTINO et al.)<br>* document en entier *<br>---                     | 1, 4, 6, 7<br>, 18      | A 61 C 7/00                          |
| A   | US-A-4 322 206 (REYNOLDS)<br>* colonne 3, lignes 15-30 *<br>---                      | 1, 2                    |                                      |
| A   | EP-A-0 161 831 (JOHNSON & JOHNSON)<br>* page 3, lignes 11-19 *<br>-----              | 1                       |                                      |
| DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)  |  |                         |                                      |
| A 61 C 7/00   |  |                         |                                      |
| Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications                            |  |                         |                                      |
| Lieu de la recherche  | Date d'achèvement de la recherche  | Examinateur             |                                      |
| BERLIN  | 16-05-1989   | SIMON J J P             |                                      |
| CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES   |  |                         |                                      |
| X : particulièrement pertinent à lui seul   | T : théorie ou principe à la base de l'invention                                     |                         |                                      |
| Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie | E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date |                         |                                      |
| A : arrière-plan technologique  | D : cité dans la demande   |                         |                                      |
| O : divulgation non-écrite  | L : cité pour d'autres raisons   |                         |                                      |
| P : document intercalaire   | & : membre de la même famille, document correspondant                                |                         |                                      |

